



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 301 457 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2

Patentgesetz der DDR

vom 27. 10. 1983

in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 04 B 35/56

H 05 B 3/12

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD C 04 B / 312 164 5	(22)	11. 01. 88	(45)	04. 02. :
(72)	Tellert, Karsten, Dipl.-Chem.; Weise, Bernd; Steffen, Ulrich, Dipl.-Phys.; Dreusicke, Jürgen -Volker; Plewe, Detlef, DE				
(73)	Elektrokohle Lichtenberg AG, Herzbergstraße 128/139, O - 1130 Berlin, DE				
(54)	Verfahren zur Herstellung von Kohlerohr widerstandsheizern für den SiC-Reaktionssinterprozeß				

(55) Verfahren; Herstellung; SiC-Formkörper; Kohlerohr widerstandsheizer, Reaktionssinterprozeß; Zusatz; Imprägnieren, Weinsäure; Kaliumhydrogenphosphat

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Kohlerohr widerstandsheizern, die beim Reaktionssinterprozeß zur Herstellung von SiC-Formkörpern benötigt werden. Erfindungsgemäß werden die Kohlerohr widerstandsheizer hergestellt, indem den Trockenkomponenten der grünen Mischung d-Weinsäure und KH_2PO_4 im Verhältnis 1:4 zugesetzt wird und die Heizer vor dem Reaktionssinterprozeß mit einer wäßrigen Lösung von d-Weinsäure und KH_2PO_4 imprägniert werden.

Patentansprüche:

Verfahren zur Herstellung von Kohlerohrwiderstandsheizern für den SiC-Reaktionssinterprozeß aus Koks, Graphit, Ruß und einem thermoplastischen Bindemittel durch Mischen der Komponenten, Verpressen und anschließender thermischer Behandlung in bekannter Weise, gekennzeichnet dadurch, daß dem Gemisch der Trockenkomponenten 0,6–0,7 Ma.-% feste d-Weinsäure und KH_2PO_4 im Masseverhältnis von 1:4 zugesetzt wird und die Kohlerohrwiderstandsheizer vor dem SiC-Reaktionssinterprozeß mit einem Gemisch von 0,1 molarer wäßriger Lösung von d-Weinsäure und 0,4 molarer wäßriger Lösung von KH_2PO_4 imprägniert werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Kohlerohrwiderstandsheizern, die beim Reaktionssinterprozeß zur Herstellung von SiC-Formkörpern – insbesondere SiC-Heizstäben – benötigt werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Kohlerohrwiderstandsheizer werden aus einem Gemisch von Koks, Graphit, Ruß und verkockbarem Bindemittel hergestellt. Die Mischung wird zu Rohren verpreßt und anschließend gebrannt, wobei das Bindemittel zu Kohlenstoff pyrolysiert. Die gebrannten Kohlerohre werden nach bestimmten elektrischen Kaltwiderständen selektiert. Im Anwendungsfall werden mehrere Rohre mit gleichem elektrischem Widerstand, gebündelt mit vorgebrannten SiC-haltigen Formkörpern, in Rinnenöfen eingelegt, in eine bei hohen Temperaturen ein Si-Gas abgebende Reaktionsmischung eingebettet, mit einer Isoliermischung umschüttet, in Reihe geschaltet und der Stromkreis geschlossen.

Bei Strömen bis zu 2100 A wird durch die Kohlerohrwiderstandsheizer die notwendige Reaktionstemperatur von ca. 2300 K erzeugt. Das sich entwickelnde Si-Gas verbindet sich mit dem Kohlenstoff in den SiC-haltigen Formkörpern zu SiC-artiger Bindung.

Aus dem Prozeßablauf und seinen Bindungen leitet sich eine hohe mechanische, thermische und chemische Belastung der Kohlerohrwiderstandsheizer ab. Das führt zu einem hohen Anteil von Kohlerohrbrüchen, Auflockerungen des Gefüges, Silizierung der Oberfläche und Streuungen des elektrischen Widerstandes nach dem SiC-Reaktionssinterprozeß. Ein mehrmaliger Einsatz ist nur in wenigen Fällen möglich.

Man hat in verschiedener Weise versucht, die Standzeit der Kohlerohrwiderstandsheizer zu erhöhen, z. B. durch Auslöse. Das erfordert jedoch einen hohen manuellen Aufwand, der nicht im gewünschten Verhältnis zum Ergebnis steht.

Auch der Einsatz besonders ausgewählter Rohstoffe, insbesondere der Einsatz von hochwertigen, aschearmen Koksen mit einem Aschegehalt von 0,1–0,6% hat nicht zum Erfolg geführt.

Die erneute Beschichtung der Kohlerohrwiderstandsheizer, z. B. mit feinverteiltem Kohlenstoff im Bereich der Einwirkung der Si-haltigen Gase, vor dem Wiedereinsatz konnte ebenfalls die Standzeit der Rohre nicht wesentlich verbessern.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Kohlerohrwiderstandsheizern für den SiC-Reaktionssinterprozeß anzugeben, das kostengünstig durchführbar ist und den Mehrfacheinsatz der Kohlerohrwiderstandsheizer ermöglicht.

Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Kohlerohrwiderstandsheizern durch einen Zusatz und Imprägnierung anzugeben.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß dem Gemisch der Trockenkomponenten feste d-Weinsäure und festes KH_2PO_4 im Masseverhältnis von 1:4 zugesetzt wird und die Kohlerohrwiderstandsheizer vor dem Reaktionssinterprozeß mit einem Gemisch von 0,1 molarer wäßriger Lösung von d-Weinsäure und 0,4 molarer wäßriger Lösung von KH_2PO_4 imprägniert werden.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an einem Beispiel näher erläutert werden:

Kohlerohrheizer werden hergestellt, indem

244 kg Koks

52 kg Brandbruchpulver aus Kohlenstoff

40 kg Graphit

64 kg Azetylenruß

2 kg KH_2PO_4 und

0,5 kg d-Weinsäure

15 Minuten trocken gemischt werden. Unter Zugabe von 177 kg Teer-Pech-Gemisch wird weitere 60 Minuten bei einer Temperatur von 365–385 K in einem Naßmischer gemischt.

Die Masse wird bei einem Preßdruck von 14-16 MPa zu Rohren verpreßt, diese nach dem Erkalten in Brenntiegel eingesetzt und bei 1335 K 34 Stunden gebrannt.

Die so hergestellten Kohlerohrheizkörper werden in eine Lösung aus 150 l Wasser, 8,0 kg KH_2PO_4 und 2,25 kg d-Weinsäure gelegt und mit dieser Lösung ca. drei Minuten imprägniert. Die imprägnierten Kohlerohrheizkörper werden mit Anschlußendanteilen für SiC-Heizstäbe gebündelt, eingebettet und in bekannter Weise der SiC-Reaktionssinterprozeß durchgeführt. Nach dem Reaktionssinterprozeß hat sich überraschend gezeigt, daß von den eingesetzten Kohlerohrheizkörpern ein sehr hoher Anteil mit guten mechanischen Eigenschaften und geringer Streuung des elektrischen Widerstandes gefunden wurde. Die Kohlerohrheizkörper waren mehrfach einsetzbar.